

工业过氧化氢含量测定方法的研究

秦飞(连云港市工投集团利海化工有限公司,江苏 连云港 222000)

摘要:过实验,可以发现,高锰酸钾法快捷,操作简单,平行性好,并且在标准Q/XLM029-2008所要求的范围内添加稳定剂对测量结果几乎没有影响。为了提高工作效率,在本单位检测中心推荐使用高锰酸钾法测定过氧化氢含量。

关键词:锰酸钾法;碘量法;双氧水(H_2O_2)

过氧化氢化学式为 H_2O_2 ,纯过氧化氢是淡蓝色的黏稠液体,可任意比例与水混溶,是一种强氧化剂,水溶液俗称双氧水,为无色透明液体。目前双氧水的分析方法有高效液相色谱法^[1]、紫外分光光度法^[2]、流动注射分光光度法^[3]、高锰酸钾法、碘量法和硫酸铈法等^[4]。其中高锰酸钾法和碘量法是最常见的两种测量方法,本文分别对高锰酸钾法、碘量法进行研究,并对实验结果进行对比。

1 原理

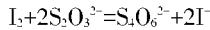
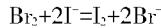
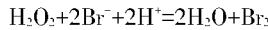
1.1 高锰酸钾法

在酸性溶液中 H_2O_2 很容易被 $KMnO_4$ 氧化而生成有氧气和水,其反应式为: $2MnO_4^- + 5H_2O_2 + 6H^+ = 2Mn^{2+} + 5O_2 + 8H_2O$

开始反应时速度很慢,待生成 Mn^{2+} 之后,由于 Mn^{2+} 的催化,加快了反应速度,故能一直顺利地滴定到终点,根据 $KMnO_4$ 标准溶液的用量计算样品中 H_2O_2 的含量。

1.2 碘量法

在酸性条件下,双氧水与过量的 Br^- 反应,生成定量的单质 Br_2 ,然后 Br_2 再与定量的 I^- 反应生成 I_2 ,最后用硫代硫酸钠标准溶液进行滴定。根据滴定碘所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,就可以定量地计算出双氧水的含量。反应如下:



2 实验部分

2.1 试剂

表1 高锰酸钾法和碘量法检测所消耗的时间

序号	分析消耗时间	
	高锰酸钾法	碘量法
1	12' 44"	25' 15"
2	12' 36"	25' 01"
3	13' 01"	25' 26"
4	12' 56"	25' 12"
5	12' 27"	25' 00"
6	12' 18"	25' 40"
7	11' 29"	25' 42"
8	12' 38"	25' 56"
平均时间	12' 31"	25' 24"

双氧水标准溶液:30%双氧水

高锰酸钾标准溶液 c($1/5 KMnO_4$):0.1mol/L

硫代硫酸钠标准溶液:0.1mol/L

2.2 实验方法

2.2.1 高锰酸钾法

将取来的双氧水样品置于25ml的滴瓶中,擦干瓶体,放置在万分之一分析天平中,去皮后,将滴瓶拿出再放回天平中,反复两次,直到两次天平称量都显示零为后,开始用减量法称取双氧水约0.16g,精确至0.0002g,加入已加有100ml 1+15硫酸溶液的250ml锥形瓶中。用0.1mol/L高锰酸钾溶液直接滴定,双氧水被高锰酸钾定量氧化。利用过量的高锰酸钾溶液的颜色——粉红色指示终点。根据高锰酸钾标准溶液的消耗量,测定双氧水的含量。

结果计算:

$$W1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\%$$

式中:

c—— $KMnO_4$ 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V——滴定时消耗 $KMnO_4$ 标准滴定溶液的体积, mL;

M——双氧水($1/2 H_2O_2$)摩尔质量($M = 17.01$), g/mol;

m——称取双氧水标液的质量, g

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.10%。

2.2.2 碘量法

称取0.2g双氧水标液,精确至0.0002g,加入250mL碘量瓶中,分别加入50mL水,0.5gKBr,待完全溶解后,加入6mol/L盐酸5ml,迅速盖上盖子水封,静置5分钟,再加入1g碘化钾,盖上水封。放置于暗处15分钟后,立即用0.1mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定,以淀粉为指示剂,根据滴定结果计算 H_2O_2 含量,同时做空白

表2 高锰酸钾法和碘量法检测所得数据平行性

序号	使用方法			
	高锰酸钾法		碘量法	
1	30.02 ⁰ 0	30.06 ⁰ 0	29.91 ⁰ 0	29.86 ⁰ 0
2	30.04 ⁰ 0	30.04 ⁰ 0	29.91 ⁰ 0	29.99 ⁰ 0
3	30.03 ⁰ 0	30.07 ⁰ 0	29.98 ⁰ 0	29.92 ⁰ 0
4	29.99 ⁰ 0	29.99 ⁰ 0	30.00 ⁰ 0	29.96 ⁰ 0
5	30.02 ⁰ 0	30.03 ⁰ 0	29.99 ⁰ 0	29.86 ⁰ 0
6	29.98 ⁰ 0	30.02 ⁰ 0	29.93 ⁰ 0	29.88 ⁰ 0
7	29.99 ⁰ 0	30.01 ⁰ 0	30.01 ⁰ 0	29.97 ⁰ 0
8	30.05 ⁰ 0	30.04 ⁰ 0	29.95 ⁰ 0	30.00 ⁰ 0
平均值	30.02 ⁰ 0		29.94 ⁰ 0	
标准偏差	0.027 ⁰ 0		0.051 ⁰ 0	
RSD	0.09 ⁰ 0		0.17 ⁰ 0	

试验。

结果计算:

$$W1 = \frac{(V_s - V_0)cM \times 10^{-3}}{2m} \times 100\%$$

式中:

c——硫代硫酸钠标准溶液浓度(mol/L);

M——H₂O₂的摩尔质量, g/mol

m——称取双氧水标液的质量,g

V₀——空白试验用硫代硫酸钠标准溶液体积(mL)。

V_s——滴定用硫代硫酸钠标准溶液体积(mL);

3 结果与讨论

3.1 两种方法结果对比

3.1.1 样品分析所消耗的时间

让同一名熟练的分析人员分别按照高锰酸钾法和碘量法分析双氧水含量, 分别做8次, 用秒表计时, 测试结果如表1。

显然高锰酸钾法分析双氧水含量所消耗的时间远小于碘量法, 原因是碘量法步骤较多且需要在室温下暗处放置一段时间后(一共需要20分钟)才可以进行下一步操作, 而高锰酸钾法虽然在称量上需要消耗一点时间, 但是对于一名熟练的分析人员来说, 只要操作规范, 天平会很容易两次归零, 因此在样品检测效率上, 高锰酸钾法更简单快捷。

3.1.2 测量结果的平行性

同一名分析人员运用两种方法对双氧水进行8次分析所得结果如表2。

由表2计算高锰酸钾RSD=0.09%, 碘量法RSD=0.17%。碘量法测量双氧水的平行性比高锰酸钾法差, 对此, 主要有以下几点原因:⁽¹⁾由于单质碘的挥发性及I易被空气氧化, 分析可能产生误差。⁽²⁾硫代硫酸钠溶液不稳定。由于硫代硫酸钠易风化, 且含有少量杂质, 使溶液不够稳定。⁽³⁾由于碘量法温度太低导致反应速度慢, 反应不完全, 使终点不稳定; 温度太高, 单质碘易挥发, 使测定结果偏低。碘量法对温度要求比较苛刻。高锰酸钾作为强氧化剂, 氧化能力强, 可以直接滴定过氧化氢, 受温度影响较小。⁽⁴⁾由于碘量法操作复杂, 在操作过程中产生误差的

风险必然会大。

3.1.3 稳定剂对测定结果的影响

本单位参照执行标准Q/XLM029—2008, 每千克工业过氧化氢添加复合稳定剂(75±25)mg, 为验证稳定剂对测定结果是否影响, 将加稳定剂的标准液和不加的标准液分析结果进行比较。结果如下:

表3: 是否添加稳定剂对结果的影响

指标	使用方法			
	高锰酸钾法		碘量法	
	未添加稳定剂	添加稳定剂	未添加稳定剂	添加稳定剂
结果	30.02 ⁰ 0	30.04 ⁰ 0	29.94 ⁰ 0	29.97 ⁰ 0

由表3看出, 由于稳定剂含量低, 稳定剂对测定结果几乎无影响。

4 结语

通过实验, 可以发现, 高锰酸钾法快捷, 操作简单, 平行性好, 并且在标准Q/XLM029—2008所要求的范围内添加稳定剂对测量结果几乎没有影响。为了提高工作效率, 在本单位检测中心推荐使用高锰酸钾法测定过氧化氢含量。同时供广大同行参考。

参考文献:

- [1]齐斌,唐孝炎,张远航,等. 氧化血红素模拟过氧化物酶高效液相色谱柱后衍生法测定过氧化氢和水溶性有机过氧化物[J]. 分析化学, 1998, 26(9): 1041-1046.
- [2]李天剑,沈含熙,罗云敬. 隐性亮绿律为过氧化物酶催化测定过氧化氢底物的研究[J]. 分析化学, 1998, 26(9): 1001-1003.
- [3]高甲友,秦希亚. 流动注射分光光度法测定痕量过氧化氢[J]. 分析化学, 1995, 23(6): 678-680.
- [4]古映莹,李丹. 高锰酸钾法、碘量法和铈量法测定过氧化氢的比较[J]. 理化实验-化学分册, 2007, 43(9): 788-789.

作者简介: 秦飞(1985-), 男, 汉族, 籍贯: 江苏连云港市, 本科, 主要从事化工原料成品分析检测工作。